

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-111110

(43)Date of publication of application : 28.04.1997

(51)Int.Cl. C08L 71/02
C08K 7/04
C09K 3/10

(21)Application number : 07-266993

(71)Applicant : SUNSTAR ENG INC

(22)Date of filing : 16.10.1995

(72)Inventor : SHIMIZU KAZUTO
NAKAYAMA KIYOSHI

(54) MODIFIED-SILICONE-BASE SEALING MATERIAL COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a modified-silicone-base sealing material composition free from the problem of poor appearance and retaining low modulus and high stress relaxation properties.

SOLUTION: This composition is prepared by mixing a modified-silicone-base sealing material composition based on a modified-silicone polymer and containing a tetravalent organotin compound as a curing catalyst with an acicular crystalline filler (except basic magnesium sulfate). The amount of the acicular crystalline filler added is 0.1-5 pts.wt. per 100 pts.wt. sealing material composition (except the acicular crystalline filler).

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.01.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 16.07.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.*** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The conversion silicone system sealing material constituent with which it consists of having used the conversion silicone polymer as the principal component, and having blended the needle crystal nature filler (however, basic magnesium sulfate being removed) with the conversion silicone system sealing material constituent using a tetravalent organic tin compound as a curing catalyst, and the loadings of the above-mentioned needle crystal nature filler are characterized by being 0.1 – 5 weight section to the sealing material constituent whole-quantity 100 weight section except this needle crystal nature filler.

[Claim 2] The conversion silicone system sealing material constituent according to claim 1 whose needle crystal nature filler is one sort which has the fiber length of 0.5–50 micrometers, and 0.05–1 micrometer of diameters of fiber, and is chosen from boric-acid aluminum, potassium titanate, and a needle crystal nature calcium carbonate, or two sorts or more.

[Translation done.]

* NOTICES *

JP0 and NCIP1 are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2.*** shows the word which can not be translated.
3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]
[Field of the Invention] This invention relates to the conversion silicone system sealing material constituent especially useful as a room-temperature-curing nature elastic sealing compound for siding which made the problem of the poor appearance by internal Ayr solve, maintaining a low modulus and high stress relaxation nature a conversion silicone system sealing material constituent and by blending a specific filler in more detail.

[0002]
[Description of the Prior Art] The clearance (joint) produced between the siding board mainly attached in the outer wall of a building etc. and other members of a building and between a siding board and other siding boards is filled up with the room-temperature-curing nature sealing material for siding, and waterproofing and open air cutoff of this joint section are measured. Although especially the thing for which it fully pastes up and interface destruction is not caused over outer wall material and a long period of time is important for the sealing material which does a deer and is applied to the joint between these outer wall material, he causes the situation where of a sealing material exfoliates from an adhesion side, by fluctuation of the joint width by the prolonged gap of outer wall material, thermal distortion, etc., especially fluctuation to the direction where a joint spreads by contraction accompanying desiccation of a siding board.

[0003] As one technique for this reason, by having a low modulus and high stress relaxation nature an aiming at prevention of the above-mentioned exfoliation room-temperature-curing [are easy to carry out plastic deformation, namely, reduce stability, decrease the stress to an adhesion interface, and] nature elastic sealing compound -- for example The conversion silicone system sealing material constituent which used the conversion silicone polymer as the principal component, and made especially the heating compression recovery rate of a hardened material 10% or less using the tetravalent organic tin compound as a curing catalyst is known (refer to JP,5-287261,A). In by the way, in case [in case a sealing material is constructed to a joint, or in case 2 liquid type the basis and curing agent of a case are mixed] When Ayr which involving in Ayr involved in in this way not few is in a joint deep part Although there is nothing that performed spatula finishing following sealing material construction and for which a surface appearance is spoiled even if it carries out postcure, in the sealing material excellent in above-mentioned stress relaxation nature Take to the motion and/or temperature change of a joint over the long period of time about of six months - 1 after construction, and Ayr moves near the surface layer. The surface layer was swollen and it turned out at coincidence a wave and that the problem of spherical or the poor appearance of making it deform into a concave is caused conjointly ultimately [evaporation of mixing moisture, and expansion].

[0004]
[Means for Solving the Problem] When they advanced research wholeheartedly that the problem of the poor appearance by internal Ayr in the above-mentioned well-known sealing material constituent should be solved, this invention persons were carrying out the amount combination of specification of the needle crystal nature filler, and they came to complete a header and this invention for required high stress relaxation nature and low modulus nature being maintainable,

JP,09-111110,A [DETAILED DESCRIPTION]

3/5 ページ

phosphate, bulking agents (for example, a calcium carbonate --), such as chlorinated paraffin and alkylbenzenes A magnesium carbonate, the diatom earth, baking clay, clay, talc, titanium oxide, A bentonite, organic bentonite, ferric oxide, a zinc oxide, an active white, What added the above-mentioned curing catalyst (tetravalent organic tin compound) and other additives, for example, a thixotropy agent, such as milk balun, a hardening speed-regulation agent, an adhesion grant agent, ultraviolet rays, anti-ozoneant, etc. is used as a base component, and it consists of systems which blended the above-mentioned needle crystal nature filler with this.

[0010] The typical example of combination of this this invention constituent is shown below.
(Example of combination)
Base component Section Conversion silicone polymer 15-40 Plasticizer 5-30 Bulking agent 35-70 Curing catalyst 0.01-5 others -- an additive -- 0-10 A total of 100 sections Needle crystal nature filler The 0.1 to 5 section If the prevention effectiveness of the poor appearance according that the loadings of the (preferably 0.5 to 3 section) above-mentioned needle crystal nature filler are the less than 0.1 sections to internal Ayr is not acquired and the five sections are exceeded, it becomes low expanding and a high modulus, and is not suitable as a sealing material. In addition, this invention constituent may bundle up these components, may use them as a 1 liquid type, and from these components, separates independently some of some of curing catalysts or curing catalysts, plasticizers, or curing catalysts, plasticizers, and bulking agents (other additives may be included), blends it, and can also use it as a 2 liquid type mixed at the time of use.

[0011]
[Example] Next, an example and the example of a comparison are given and this invention is explained more concretely.
Examples 1-6 and examples 1-3 of a comparison Combination of (1) base component (number of copies)
a conversion silicone polymer, "S-203", and Kaneka Co., Ltd. make -- 30 plasticizer: -- dioctyl phthalate (DOP) -- 20 bulking agent: -- a calcium carbonate -- the Bihoku Funka Kogyo CO., LTD. make "300 meshes of GCC" -- 40 Thixotropy agent : [Made in "Despa Ron #6500" Kusumoto Chemicals] --- 9 Curing catalyst: Dibutyl tin JIRAU rate -- The needle crystal nature filler of number of copies shown in the following table 1 is blended to 1(2) conversion silicone system sealing material's preparation above-mentioned base component 100 section, reduced pressure degassing churning is performed, and this sealing material is obtained.

[0012] (3) Perform the performance test of performance test following (i) - (iv), and write together a result to Table 1.
i) -- tension test: -- two cement system boards (30mmx50mmx12mm) Compare and the 50mm side faces are arranged so that the clearance between 12mm width of face (a joint, 12mmx50mmx12mm) may open. After placing each sealing material to this joint and making oneself recuperate for 14 days at 14 days and 30 degrees C by 20 degrees C, With a tension tester (Oriental energy machine company make, straw graph R-1), a tension test is performed by part for speed-of-testing/of 50mm, and 50% tensile stress (kg-f/cm2), the maximum tensile stress (kg-f/cm2), and the elongation at the time of destruction (%) are measured.

[0013] ii) Evaluation of stress relaxation nature (heating compression restoration trial) (refer to said JP,5-287261,A)
Based on the endurance evaluation term of JIS A5758, 1 cycle operation back is computed at 90 degrees C, and a heating compression recovery rate (%) will be computed with the following formula after neglect in ordinary temperature for one day. Evaluation (less than [O:10%] and more than x:10%)
heating compression recovery rate =(L2-L1)/(L3-L1) x 100 -- here -- the thickness L2:JIS A5758 endurance 9030 trial of the compression direction of the sealing material at the time of thickness L1:heating compression of the compression direction of the sealing material before L3:heating compression -- after 1 cycle operation and ordinary temperature -- the thickness [0014] of the compression direction of the sealing material after the neglect during one day iii) the cement system board (100mmx300mmx12mm) of two Ayr deformans trials Compare and the 300mm side faces are arranged so that the clearance between 20mm width of face (a joint,

without causing a poor appearance by improvement in the mechanical engine performance.

[0005] This invention uses a conversion silicone polymer as a principal component, and as a curing catalyst to namely, the conversion silicone system sealing material constituent using a tetravalent organic tin compound It consists of having blended the needle crystal nature filler (however, basic magnesium sulfate being removed). the loadings of the above-mentioned needle crystal nature filler offer the conversion silicone system sealing material constituent characterized by being the 0.1 to 5 section to the sealing material constituent whole-quantity 100 section (the weight section and the following -- the same) except this needle crystal nature filler.

[0006]
[Embodiment of the Invention] The polyoxyalkylene ether is made into a principal chain frame, and the designation of the liquefied polymer which has the silyl radical or silanol group which has hydrolysis nature machines (for example, a hydroxyl group, a halogen radical, an alkoxy group, a sulphydryl group, etc.) in an end or a side chain is carried out, the polyoxypropylene ether is used as a principal chain in it, and the conversion silicone polymer used by this invention has the desirable thing of molecular weight 8000-15000. As a commercial item, MS polymer by Kaneka Co., Ltd. etc. is mentioned.

[0007] As a tetravalent organic tin compound used by this invention For example, dibutyltin laurate, a dibutyl tin JIRAU rate, dibutyltin dioctoate, Dibutyl tin acetate, dioctyl tin stearate, dioctyl tin laurate, Dioctyl tin JIBASATETO, dibutyl tin BISUTORI ethoxy silicate, Dibutyl tin screw iso nonyl and 3-mercaptopropionate, dibutyl tin bisacetylacetonate, A dibutyl tin screw (o-phenyl phenoxide), dibutyl tin screw isooctylthioglycolate, dibutyl tin oxide, dioctyl tin oxide, etc. are mentioned, and use is presented with these one sort or two sorts or more.

[0008] As a needle crystal nature filler used by this invention, the fiber length of 0.5-50 micrometers, what has 0.2-1.0 micrometers preferably 10-30 micrometers and 0.05-1 micrometer of diameters of fiber is preferably suitable, as the class, boric-acid aluminum, silicon carbide, silicon nitride, potassium titanate, graphite, a needle crystal nature calcium carbonate, boric-acid magnesium, 2 titanium borides, a chrysotile, straw SUTONAITO, etc. are mentioned, and use is presented with these one sort or two sorts or more. Boric-acid aluminum, potassium titanate, and a needle crystal nature calcium carbonate are especially desirable. While the mixed dispersibility at the time of sealing material preparation is inferior as this is shown also in the example 3 of the after-mentioned comparison although basic magnesium sulfate is also contained in a needle crystal nature filler, it is easy to generate although struck, and the surface appearance after spatula finishing is spoiled, the sealing material after hardening shows low expanding, and it becomes impossible in addition, to apply as a sealing material. In addition, when the problem of the poor appearance according that the above-mentioned fiber length is less than 0.5 micrometers to internal Ayr cannot be solved and 50 micrometers is exceeded, since fiber appears in a sealing material front face, it is in construction of a sealing material and the inclination for the surface appearance after spatula finishing to be spoiled subsequently. When fiber becomes it easy to break that the diameter of fiber is less than 0.05 micrometers, it becomes impossible to solve the problem of the poor appearance by internal Ayr and 1 micrometer is exceeded, the sealing material after hardening tends to show low expanding and a high modulus. With low expanding, the case where the elongation at the time of destruction of the sealing material after care of health by the approach according to the tension test of JIS A5758 is less than 450% is meant, and the case where 50% tensile stress of the sealing material after the care of health as the above with the same high modulus exceeds 3.0kg and f/cm2 is meant here.

[0009] The conversion silicone system sealing material constituent concerning this invention the above-mentioned conversion silicone polymer which is a principal component -- a plasticizer (for example, G 2-ethylhexyl phthalate --) Dibutyl phthalate, diheptylphthalate, JIISO nonyl phthalate, Phthalic-acid diester; epoxidation hexahydrophthalic acid diester, such as di-isodecyl phthalate, butyl benzyl phthalate, and a butyl phthalyl butyl glycol; A G 2-ethylhexyl horse mackerel peat, In addition to this, Alkylene dicarboxylic acid diester, such as dibutyl diglycol adipate and G 2-ethylhexyl sebacate; Diethylene glycol dibenzoate, Dipropylene glycol dibenzoate, tricresyl

JP,09-111110,A [DETAILED DESCRIPTION]

4/5 ページ

20mmx300mmx12mm) may open. After placing each sealing material to this joint and pouring in Ayr 1cc by the syringe immediately After being exposed to 35 degrees of south faces of an outdoor-exposure base after it carries out spatula finishing of the front face and 14 days and 30 degrees C subsequently perform care of health at 20 degrees C on the 14th, and leaving it for six months, the effect of the surface appearance by expansion of internal Ayr is observed. O Abnormality [in :] nothing, x : blister generating.
iv) After filling up the joint of joint depth / joint width =20/20(mm) with the mixed dispersibility test above-mentioned sealing material, the front face was accustomed by the spatula flat and smooth, and the appearance was observed visually.
O : although a surface layer is uniform and completely strikes, it does not accept.
x: Although struck to a surface layer, it accepts.

[0015]
[Table 1]

	実 施 例						比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
ベース成分	100	100	100	100	100	100	100	100	100
ホウ酸アルミウム	0.5	1.5	2.5	5.0	—	—	—	10	—
チタン酸カリウム	—	—	—	—	1.5	—	—	—	—
針状結晶性炭酸カルシウム	—	—	—	—	—	1.5	—	—	—
塩基性硫酸マグネシウム	—	—	—	—	—	—	—	—	1.5
(i)50%引張応力(kg-f/cm ²)	1.7	1.8	2.0	2.5	1.8	1.7	1.6	3.0	2.1
最大引張応力(kg-f/cm ²)	6.6	6.7	6.8	7.5	6.5	6.6	6.5	9.5	6.7
伸び(%)	650	620	580	520	630	640	700	410	440
(ii)加熱圧縮復元性	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(iii)エアー変形性	○	○	○	○	○	○	×	○	○
(iv)混合分散性	○	○	○	○	○	○	○	○	×

[0016] in addition, a table -- the fiber length (micrometer) of the used needle crystal nature filler, the diameter (micrometer) of fiber, a trade name, and the manufacturer are as follows (Table 2) 1 inside.
[Table 2]

	繊維長	繊維径	商品名	メーカー
ホウ酸アルミウム	10~30	0.5~1.0	「アルボレックスY」	四国化成工業(株)
チタン酸カリウム	10~20	0.3~1.0	「トワイカー-Y」	日本ウィスカー(株)
針状結晶性炭酸カルシウム	20~30	0.5~1.0	「ウィスカルA」	丸尾カルシウム(株)
塩基性硫酸マグネシウム	10~30	0.5~1.0	「モスハイジ」	宇部化学工業(株)

[0017]
[Effect of the Invention] It is admitted that the problem of the poor appearance by internal Ayr does not occur at all controlling the heating compression stability which maintains a low modulus and is made into the index of high stress relaxation nature according to this invention constituent (examples 1-6).

[Translation done.]

http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web.cgi_ejje

2006/07/20

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-111110

(43)公開日 平成9年(1997)4月28日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 71/02	L Q D		C 0 8 L 71/02	L Q D
C 0 8 K 7/04			C 0 8 K 7/04	
C 0 9 K 3/10			C 0 9 K 3/10	G

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平7-266993

(22)出願日 平成7年(1995)10月16日

(71)出願人 390008866

サンスター技研株式会社

大阪府高槻市明田町7番1号

(72)発明者 清水 一人

大阪府高槻市明田町7番1号 サンスター
技研株式会社内

(72)発明者 中山 清

大阪府高槻市明田町7番1号 サンスター
技研株式会社内

(74)代理人 弁理士 青山 葆 (外1名)

(54)【発明の名称】 変成シリコーン系シーリング材組成物

(57)【要約】

【課題】 本発明は、低モジュラスおよび高応力緩和性を維持しつつ、内部エアールによる外観不良の問題がない変成シリコーン系シーリング材組成物を提供する。

【解決手段】 本発明の変成シリコーン系シーリング材組成物は、変成シリコーンポリマーを主成分としかつ硬化触媒として4価の有機錫化合物を用いた変成シリコーン系シーリング材組成物に、針状結晶性フィラー（但し、塩基性硫酸マグネシウムを除く）を配合したことから成り、上記針状結晶性フィラーの配合量が、該針状結晶性フィラーを除いたシーリング材組成物全量100重量部に対して0.1～5重量部であることを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 変成シリコンポリマーを主成分としかつ硬化触媒として4価の有機錫化合物を用いた変成シリコン系シーリング材組成物に、針状結晶性フィラー（但し、塩基性硫酸マグネシウムを除く）を配合したことから成り、上記針状結晶性フィラーの配合量が、該針状結晶性フィラーを除いたシーリング材組成物全量100重量部に対して0.1～5重量部であることを特徴とする変成シリコン系シーリング材組成物。

【請求項2】 針状結晶性フィラーが、繊維長0.5～50 μm および繊維径0.05～1 μm を有し、かつホウ酸アルミニウム、チタン酸カリウムおよび針状結晶性炭酸カルシウムから選ばれる1種または2種以上である請求項1に記載の変成シリコン系シーリング材組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は変成シリコン系シーリング材組成物、更に詳しくは、特定のフィラーを配合することにより、低モジュラスおよび高応力緩和性を維持しつつ、内部エアによる外観不良の問題を解消せしめた、特にサイディング用室温硬化性弾性シーリング材として有用な変成シリコン系シーリング材組成物に関する。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】サイディング用室温硬化性シーリング材は、主に建物の外壁等に取り付けられるサイディングボードと建物の他の部材との間や、サイディングボードと他のサイディングボードとの間に生じる隙間（目地）に充填され、該目地部の防水および外気遮断が計られている。しかして、かかる外壁材間の目地に適用されるシーリング材は、外壁材と長期にわたり、十分に接着して界面破壊を起こさないことが特に重要であるが、その長期間の外壁材のズレや熱的歪み等による目地幅の変動、特にサイディングボードの乾燥に伴う収縮により目地が広がる方向への変動によって、シーリング材が接着面から剥離するといった事態を招く。

【0003】このため、一つの手法として、低モジュラスおよび高応力緩和性を備えることにより、塑性変形をさせ易く、すなわち復元性を低下させて接着界面への応力を減少させ、上記剥離の防止を目的とした室温硬化性弾性シーリング材、たとえば、変成シリコンポリマーを主成分としかつ硬化触媒として4価の有機錫化合物を用い、特に硬化物の加熱圧縮復元率を10%以下とした変成シリコン系シーリング材組成物が知られている

（特開平5-287261号公報参照）。ところで、シーリング材を目地に施工する際、あるいは2液型の場合の基剤と硬化剤を混合する際に、エアを巻き込むことが少なくなく、このように巻き込んだエアが目地深部にある場合は、シーリング材施工に続きヘラ仕上げを行

った後硬化させても表面外観を損なうことはないが、上述の応力緩和性に優れたシーリング材では、施工後6カ月～1年程度の長期間にわたる目地の動きおよび／または温度変化に連れてエアが表面層近くに移動してきて、表面層を膨らませ、また同時に混入水分の気化、膨張が相俟って、究極的に波状、球状あるいは凹状に変形させるという外観不良の問題を起こすことがわかった。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記公知シーリング材組成物における内部エアによる外観不良の問題を解決すべく鋭意研究を進めたところ、針状結晶性フィラーを特定量配合することで、機械的性能の向上によって外観不良を起こすことなく、かつ必要な高応力緩和性と低モジュラス性を維持できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0005】すなわち、本発明は、変成シリコンポリマーを主成分としかつ硬化触媒として4価の有機錫化合物を用いた変成シリコン系シーリング材組成物に、針状結晶性フィラー（但し、塩基性硫酸マグネシウムを除く）を配合したことから成り、上記針状結晶性フィラーの配合量が、該針状結晶性フィラーを除いたシーリング材組成物全量100部（重量部、以下同様）に対して0.1～5部であることを特徴とする変成シリコン系シーリング材組成物を提供するものである。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明で用いる変成シリコンポリマーとは、ポリオキシアルキレンエーテルを主鎖骨格とし、かつ末端もしくは側鎖に加水分解性基（たとえば水酸基、ハロゲン基、アルコキシ基、メルカプト基など）を有するシリル基またはシラノール基を持つ液状ポリマーを指称し、その中でポリオキシプロピレンエーテルを主鎖とし、分子量8000～15000のものが好ましい。市販品としては、鐘淵化学工業（株）製のMSポリマー等が挙げられる。

【0007】本発明で用いる4価の有機錫化合物としては、たとえばジブチル錫ラウレート、ジブチル錫ジラウレート、ジブチル錫ジオクトエート、ジブチル錫アセテート、ジオクチル錫ステアレート、ジオクチル錫ラウレート、ジオクチル錫ジパーサテート、ジブチル錫ビストリエトキシシリケート、ジブチル錫ビスイソノニル・3-メルカプトプロピオネート、ジブチル錫ビスアセチルアセトネート、ジブチル錫ビス（*o*-フェニルフェノキサイド）、ジブチル錫ビスイソオクチルチオグリコレート、ジブチル錫オキサイド、ジオクチル錫オキサイド等が挙げられ、これらの1種または2種以上を使用に供する。

【0008】本発明で用いる針状結晶性フィラーとしては、繊維長0.5～50 μm 、好ましくは10～30 μm および繊維径0.05～1 μm 、好ましくは0.2～1.0 μm を有するものが好適であり、その種類として

は、ホウ酸アルミニウム、炭化ケイ素、窒化ケイ素、チタン酸カリウム、グラファイト、針状結晶性炭酸カルシウム、ホウ酸マグネシウム、二ホウ化チタン、クリソタイル、ワラストナイト等が挙げられ、これらの1種または2種以上を使用に供する。特にホウ酸アルミニウム、チタン酸カリウム、針状結晶性炭酸カルシウムが好ましい。なお、針状結晶性フィラーの中に、塩基性硫酸マグネシウムも含まれるが、これは後記比較例3にも示される通り、シーリング材調製時の混合分散性が劣り、ぶつが発生し易く、ヘラ仕上げ後の表面外観が損なわれると共に、硬化後のシーリング材は低伸長を示し、シーリング材として適用できなくなる。なお、上記繊維長が0.5 μ m未満であると、内部エアーによる外観不良の問題を解決することができず、また50 μ mを越えると、繊維がシーリング材表面に現れることから、シーリング材の施工、次いでヘラ仕上げ後の表面外観が損なわれる傾向にある。繊維径が0.05 μ m未満であると、繊維が折れ易くなり、内部エアーによる外観不良の問題を解決できなくなり、また1 μ mを越えると、硬化後のシーリング材は低伸長および高モジュラスを示す傾向にある。ここで低伸長とは、JIS A5758の引張試験に準じた方法による養生後におけるシーリング材の破壊時の伸びが450%未満の場合を意図し、高モジュラスとは上記同様の養生後におけるシーリング材の50%引張応力が3.0kg \cdot f/cm²を越える場合を意図したものである *

(配合例)

ベース成分

変成シリコーンポリマー

可塑剤

充填剤

硬化触媒

他の添加剤

針状結晶性フィラー

上記針状結晶性フィラーの配合量が0.1部未満であると、内部エアーによる外観不良の防止効果が得られず、また5部を越えると、低伸長および高モジュラスとなり、シーリング材として適当でない。なお、本発明組成物はこれらの成分を一括して一液型として使用してもよく、またこれらの成分から、硬化触媒のみ、あるいは硬化触媒と可塑剤の一部、あるいは硬化触媒と可塑剤と充※

(1)ベース成分の配合(部数)

変成シリコーンポリマー、「S-203」、鐘淵化学工業(株)製 --- 30

可塑剤：ジオクチルフタレート(DOP) --- 20

充填剤：炭酸カルシウム、「重炭300メッシュ」、備北粉化工業(株)製 --- 40

揺変剤：「ディスパロン#6500」、楠本化成(株)製 --- 9

硬化触媒：ジブチル錫ジラウレート --- 1

* する。

【0009】本発明に係る変成シリコーン系シーリング材組成物は、主成分である上記変成シリコーンポリマーに可塑剤(たとえばジ-2-エチルヘキシルフタレート、ジブチルフタレート、ジヘブチルフタレート、ジイソニルフタレート、ジイソデシルフタレート、ブチルベンジルフタレート、ブチルフタリルブチルグリコールなどのフタル酸ジエステル類；エポキシ化ヘキサヒドロフタル酸ジエステル類；ジ-2-エチルヘキシルアジペート、ジブチルジグリコールアジペート、ジ-2-エチルヘキシルセバケートなどのアルキレンジカルボン酸ジエステル類；その他ジエチレングリコールジベンゾエート、ジプロピレングリコールジベンゾエート、トリクレジルホスフェート、塩素化パラフィン、アルキルベンゼン類等)、充填剤(たとえば炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ケイソウ土、焼成クレイ、クレイ、タルク、酸化チタン、ベントナイト、有機ベントナイト、酸化第二鉄、酸化亜鉛、活性亜鉛華、シラスバルーン等)、上記硬化触媒(4価の有機錫化合物)、その他添加剤、たとえば揺変剤、硬化速度調整剤、接着付与剤、紫外線およびオゾン劣化防止剤等を加えたものをベース成分とし、これに上記針状結晶性フィラーを配合した系で構成される。

【0010】かかる本発明組成物の代表的な配合例を、以下に示す。

部

15~40

5~30

35~70

0.01~5

0~10

計100部

0.1~5部

(好ましくは

0.5~3部)

※ 充填剤の一部(他の添加剤を含ませてよい)を別に切離して配合しておき、使用時に混合する二液型として使用することもできる。

【0011】

【実施例】次に実施例および比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明する。

実施例1~6および比較例1~3

(2)変成シリコン系シーリング材の調製

上記ベース成分100部に対し、下記表1に示す部数の針状結晶性フィラーを配合して、減圧脱泡攪拌を行い、該シーリング材を得る。

【0012】(3)性能試験

下記(i)～(iv)の性能試験を行い、結果を表1に併記する。

i)引張試験：2枚のセメント系ボード(30mm×50mm×12mm)を、その50mm側面同士を12mm幅の隙間(目地、12mm×50mm×12mm)があくように突き合

わせて配列し、該目地に各シーリング材を打設し、20℃で14日間および30℃で14日間養生せしめた後、引張試験機(東洋精機社製、ストログラフR-1)にて、引張速度50mm/分で引張試験を行い、50%引張

応力(kg・f/cm²)、最大引張応力(kg・f/cm²)および破壊時の伸び(%)を測定する。

【0013】ii)応力緩和性の評価(加熱圧縮復元試験)(前記特開平5-287261号公報参照)

JIS A5758の耐久性評価項に準拠して、90℃にて1サイクル実施後、常温で1日放置後、下記数式に

より加熱圧縮復元率(%)を算出する。評価(○：10%未満、×：10%以上)

加熱圧縮復元率=(L₂-L₁)/(L₃-L₁)×100

*

*ここで、

L₃：加熱圧縮前のシーリング材の圧縮方向の厚み

L₁：加熱圧縮時のシーリング材の圧縮方向の厚み

L₂：JIS A5758耐久性9030試験を1サイクル実施後、常温で1日間放置後のシーリング材の圧縮方向の厚み

【0014】iii)エアー変形性試験

2枚のセメント系ボード(100mm×300mm×12mm)を、その300mm側面同士を20mm幅の隙間(目地、20mm×300mm×12mm)があくように突き合

わせて配列し、該目地に各シーリング材を打設し、直ちにシリンジでエアー1ccを注入してから、表面をへら仕上げし、次いで20℃で14日および30℃で14日養生を行った後、屋外暴露台の南面35°に暴露し、6ヶ月間放置した後、内部エアーの膨張による表面外観の影響を観察する。○：異常なし、×：ふくれ発生。

iv)混合分散性試験

上記シーリング材を目地深さ/目地幅=20/20(mm)の目地に充填した後、へらにて表面を平滑にならし、外観を目視にて観察した。

○：表面層が均一で、全くぶつが認められない。

×：表面層にぶつが認められる。

【0015】

【表1】

	実 施 例						比 較 例		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
ベース成分	100	100	100	100	100	100	100	100	100
ホウ酸アルミウム	0.5	1.5	2.5	5.0	—	—	—	10	—
チタン酸カリウム	—	—	—	—	1.5	—	—	—	—
針状結晶性炭酸カルシウム	—	—	—	—	—	1.5	—	—	—
塩基性硫酸マグネシウム	—	—	—	—	—	—	—	—	1.5
(i)50%引張応力(kg・f/cm ²)	1.7	1.8	2.0	2.5	1.8	1.7	1.6	3.0	2.1
最大引張応力(kg・f/cm ²)	6.6	6.7	6.8	7.5	6.5	6.6	6.5	9.5	6.7
伸び(%)	650	620	580	520	630	640	700	410	440
(ii)加熱圧縮復元性	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(iii)エアー変形性	○	○	○	○	○	○	×	○	○
(iv)混合分散性	○	○	○	○	○	○	○	○	×

【0016】なお、表1中、用いた針状結晶性フィラーの繊維長(μm)、繊維径(μm)、商品名、メーカーは

以下(表2)の通りである。

【表2】

	<u>繊維長</u>	<u>繊維径</u>	<u>商品名</u>	<u>メーカー</u>
ホウ酸アルミウム	10～30	0.5～1.0	「アルボレックスY」	四国化成工業(株)
チタン酸カリウム	10～20	0.3～1.0	「トワイカーY」	日本ウイスキー(株)
針状結晶性炭酸カルシウム	20～30	0.5～1.0	「ウイiscalA」	丸尾カルシウム(株)
塩基性硫酸マグネシウム	10～30	0.5～1.0	「モスハイジ」	宇部化学工業(株)

【0017】

【発明の効果】本発明組成物（実施例1～6）によれば、低モジュラスを維持しおよび高応力緩和性の指標と

する加熱圧縮復元性を抑制しつつ、内部エアによる外観不良の問題が全く発生しないことが認められる。